

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

REC'D 07 FEB 2003

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung****Aktenzeichen:**

102 00 760.8

Anmeldetag:

10. Januar 2002

Anmelder/Inhaber:

Clariant GmbH, Frankfurt am Main/DE

Bezeichnung:Nanokompositmaterial zur Herstellung von
Brechzahlgradientenfolien**IPC:**

C 08 L, C 08 G und C 08 J

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 4. November 2002
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Dzierzon

Beschreibung

5 Nanokompositmaterial zur Herstellung von Brechzahlgradientenfolien

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Nanokompositmaterial zur Herstellung eines Brechzahlgradientenmaterials mit Stoffgradienten, der durch nanoskalige Teilchen hervorgerufen wird, sowie die Verwendung derartiger

10 Brechzahlgradientenmaterialien zur Herstellung von Folien mit Brechzahlgradienten, insbesondere für holographische und Maskenbelichtungsanwendungen sowie für Gradientenindexlinsen in der abbildenden Optik.

Es ist bekannt, dass die Diffusion von Monomeren mit gegenüber der umgebenden
15 flüssigen Matrix erhöhtem oder auch erniedrigtem Brechungsindex für die Erzeugung eines Brechzahlgradienten genutzt werden kann (US 5,552,261, US 5,529,473). Der bei Photopolymeren bekannte „Colburn-Haines-Effekt“ zur gerichteten Diffusion mit anschließender Polymerisierung in den erwärmten bzw. belichteten Bereichen führt zu einer Erhöhung der Dichte und somit zu einer
20 Erhöhung oder Erniedrigung des Brechwertes. Bei organischen Monomeren ist diese Änderung jedoch gering, da die sich einstellende Dichte-Änderung nur einen geringen Beitrag zur Molrefraktion liefert. Danach wird das Brechzahlgradientenprofil durch Nachvernetzung, beispielsweise über Photo-Polymerisation, fixiert. Nachteile dieser Werkstoffe sind relativ niedrige Brechzahlhübe, lange Prozesszeiten und
25 hohe Streuverluste.

Aus der WO 97/38333 ist bekannt, dass man Brechzahlgradienten auch über die Migration von Nanopartikeln mit hoher oder niedriger Brechzahl in einer flüssigen Matrixphase erzeugen und über eine nachträgliche Vernetzung (Polymerisation, Kondensation) fixieren kann. Der wesentliche Nachteil dieses Verfahrens besteht
30 darin, dass eine flüssige Matrixphase Handlingprobleme bei der Anwendung von Holographie- bzw. Maskenbelichtungstechnik mit sich bringt.

Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, ein Material zu entwickeln, das in der Lage ist, einen ausreichend hohen Brechzahlgradienten durch Anlegen einer elektrischen Potentialdifferenz, Elektronenbestrahlung, Holographie, Lithographie oder durch Belichtung aufzubauen, und die vorstehend genannten

5 Nachteile überwindet.

Es wurde gefunden, dass diese Aufgabe überraschenderweise durch eine feste oder gelartige Matrix gelöst werden kann.

10 Gegenstand der Erfindung ist ein polymerisierbares Nanokompositmaterial, enthaltend

- a) 4,9 bis 95,9 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 80 Gew.-%, insbesondere 20 bis 40 Gew.-%, mindestens eines löslichen organischen Polymers;
- 15 b) 4 bis 95 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 80 Gew.-%, insbesondere 20 bis 60 Gew.-%, eines Kondensats aus einem oder mehreren hydrolysierbaren und kondensierbaren Silanen aus der Gruppe der Acrylsilane, Epoxysilane, Acrylalkoxysilane, Acrylepoxysilane, Epoxyalkoxysilane, Alkoxysilane und Alkylalkoxysilane, wobei das Kondensat einen anorganischen Kondensationsgrad von 33 bis 100 % und einen organischen Konversionsgrad von 0 bis 95 %, bevorzugt 5 bis 60 %, aufweist;
- 20 c) 0 bis 4,9 Gew.-%, beispielsweise 0,1 bis 4,9 Gew.-%, insbesondere 0,5 bis 4 Gew.-%, eines C=C-Doppelbindungen enthaltenden organischen Monomers und 0 bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 40 Gew.-%, eines organischen Oligomers oder Prepolymers, insbesondere Acrylatoligomere und -prepolymere, bevorzugt Methylmethacrylat oder ein Dioldiacrylat oder -methacrylat,
- 25 d) 0,1 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 40 Gew.-%, insbesondere 5 bis 30 Gew.-%, polymerisierbar oberflächenmodifizierter nanoskaliger Teilchen aus der Gruppe der Oxide, Chalcogenide, Sulfide, Selenide, Telluride, Halogenide, Carbide, Arsenide, Antimonide, Nitride, Phosphide, Carbonate, Carboxylate, Phosphate, Sulfate, Silikate, Titanate, Zirkonate, Aluminate, Stannate, Plumbate sowie Mischoxide davon;
- 30 e) 0 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 30 Gew.-%, insbesondere 1 bis

20 Gew.-% eines Weichmachers;

- f) 0 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,01 bis 1 Gew.-%, eines thermischen oder photochemischen Vernetzungsinitiators, Sensitizers, Netzhilfsmittels, Adhäsionshilfsmittels, Antioxidants, Verlaufsmittels, Stabilisators, Farbstoffs, photochromen und thermochromen Stoffe, oder eine Kombination davon, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (Trockengewicht) des Nanokompositmaterials.

Die dynamische Viskosität des erfindungsgemäßen Nanokompositmaterials beträgt (bei 25°C) 2 bis 1000 Pas, vorzugsweise 5 bis 500 Pas, insbesondere 10 bis 100 Pas, gemessen mit einem Rotationsviskosimeter.

Das lösliche Polymer a) ist vorzugsweise ein in einem organischen Lösungsmittel oder Wasser lösliches Polyacrylat, Polymethacrylat, Polyepoxid, Polyolefin, Polystyrol, Polyamid, Polyester, Polyether, Polycarbonat, Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat oder Polyvinylbutyral. Vorzugsweise handelt es sich um transparente Polymere.

Als organische Lösungsmittel kommen vorzugsweise Alkohole wie Ethanol, Isopropanol oder Butanol, Ketone wie Aceton, Ester wie Ethylacetat, Ether wie Tetrahydrofuran und aliphatische, aromatische und halogenierte Kohlenwasserstoffe wie Hexan, Benzol, Toluol und Chloroform in Betracht.

Diese Lösungsmittel oder Wasser können auch für die Herstellung der festen oder gelartigen Matrix verwendet werden.

Als Silane b) kommen solche mit ein, zwei, drei oder vier, vorzugsweise zwei oder drei, hydrolysierbaren Gruppen sowie Mischungen davon in Betracht.

Hydrolysierbare Gruppen sind beispielsweise Wasserstoff oder Halogen, wie F, Cl, Br oder I; Alkoxy, vorzugsweise C₁₋₆-Alkoxy, wie z.B. Methoxy, Ethoxy, n-Propoxy, i-Propoxy und Butoxy; Aryloxy, vorzugsweise C₆₋₁₀-Aryloxy, wie z.B. Phenoxy;

Acyloxy, wie z.B. Acetoxy oder Propionyloxy; Alkylcarbonyl, vorzugsweise C₂₋₇-Alkylcarbonyl, wie z.B. Acetyl; Amino, Monoalkylamino oder Dialkylamino mit vorzugsweise 1 bis 12, insbesondere 1 bis 6 Kohlenstoffatomen in der bzw. den Alkylgruppe(n).

Besonders bevorzugte Silane sind z.B. Methacryloxypropyltrimethoxysilan, Acryloxypropyltrimethoxysilan, Dimethyldimethoxysilan, Dimethyldiethoxysilan, 3-Glycidyloxy-propyltrimethoxysilan, Glycidyloxy-propyltriethoxysilan, Vinyltriethoxysilan, Methyltriethoxysilan, Tetraethoxysilan und Tetramethoxysilan.

5

Es wird bevorzugt mindestens ein Silan eingesetzt, das einen nicht hydrolysierbaren Rest mit einer polymerisierbaren oder polykondensierbaren Gruppe aufweist. Über diese Gruppen kann, gegebenenfalls zusammen mit ebenfalls eingesetzten polymerisierbaren oder polykondensierbaren organischen Monomeren, Oligomeren und/oder Prepolymeren, eine Polymerisation oder Polykondensation bzw. eine Vernetzung des Matrixmaterials erfolgen. Außerdem können diese polymerisierbaren oder polykondensierbaren Gruppen auch mit an der Oberfläche der nanoskaligen Teilchen befindlichen reaktiven Gruppen reagieren und somit zur Immobilisierung (z.B. durch Einbindung in ein Netzwerk) der nanoskaligen Teilchen beitragen.

10

15

Zur Unterscheidung vom anorganischen Kondensationsgrad, der sich durch Hydrolyse und Kondensation der hydrolysierbaren anorganischen Verbindungen, z.B. unter Bildung von Si-O-Si-Brücken, ergibt, wird das Ausmaß der Verknüpfung über die polymerisierbaren oder polykondensierbaren Gruppen der nicht hydrolysierbaren Reste im folgenden als organischer Konversionsgrad bezeichnet.

20

Die Hydrolyse und Kondensation der obigen Verbindungen werden auf herkömmliche Art und Weise durchgeführt, gegebenenfalls in Gegenwart eines Lösungsmittels und eines sauren oder basischen Kondensationskatalysators wie HCl, HNO₃ oder NH₃. So können Hydrolyse und Kondensation beispielsweise unter den (allgemein bekannten) Bedingungen des Sol-Gel-Prozesses erfolgen.

25

Die partielle Kondensation der Silane kann mit einer unterstöchiometrischen Menge, z.B. einer 0,3 bis 0,9-fachen stöchiometrischen Menge, des Hydrolysemittels, wie z.B. Wasser, wässrige HCl, wässrige HNO₃ oder wässriges Ammoniak, durchgeführt werden. Die Menge an Hydrolysemittel wird dabei so bemessen, dass ein anorganischer Kondensationsgrad von 33 bis 100 % erzielt wird. Ein anorganischer Kondensationsgrad von 33 % bedeutet beispielsweise, dass im Durchschnitt einer

30

von drei hydrolysierbaren Resten des Silans unter Bildung einer --Si--O--Si-- Brücke kondensiert ist. Bei einem Kondensationsgrad von 100 % sind sämtliche hydrolysierbaren Reste des betreffenden Silanmoleküls kondensiert. Die Kondensation erfolgt bevorzugt bei einer Temperatur von 5 bis 40°C .

5

Der organische Konversionsgrad gibt beispielsweise das Ausmaß der Polyadditionsreaktion der in den Silanseitenketten vorhandenen C=C -Doppelbindungen oder Epoxygruppen an. Ein organischer Konversionsgrad von 95 % bedeutet beispielsweise, dass 95 % aller C=C -Doppelbindungen oder

10

Epoxygruppen umgesetzt sind. Im Falle der C=C -Doppelbindungen, z.B. in Acrylatresten, kann der organische Konversionsgrad durch die Abnahme der C=C -Schwingungsbande im IR-Spektrum gemessen werden. Die Polyaddition kann durch übliche Methoden, wie saure oder basische Hydrolyse im Falle von Epoxygruppen oder durch UV-Bestrahlung im Falle von C=C -Doppelbindungen, herbeigeführt

15

werden.

c) Das C=C -Doppelbindungen enthaltende organische Monomer ist vorzugsweise ein Styrol, ein Alken, z.B. Ethylen, Propylen, Buten, Isobuten, ein halogeniertes Alken, z.B. Tetrafluorethylen, Chlortrifluorethylen, Vinylchlorid, Vinylfluorid, ein

20

Vinylacetat, Vinylpyrrolidon, Vinylcarbazol oder eine Mischung davon.

Das Acrylat ist vorzugsweise Methylmethacrylat oder ein Dioldiacrylat oder Dioldimethacrylat, wie z.B. Hexandioldimethacrylat, Hexandioldiacrylat, Dodecandioldiacrylat oder Dodecandioldimethacrylat.

25

Die oberflächenmodifizierten Nanopartikel d) umfassen vorzugsweise die Oxide ZnO , CdO , SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , CeO_2 , SnO_2 , Al_2O_3 , In_2O_3 , La_2O_3 , Fe_2O_3 , Ta_2O_5 , Cu_2O , V_2O_5 , MoO_3 und WO_3 sowie die Halogenide AgCl , AgBr , AgI , CuI , CuBr , CdI_2 und PbI_2 .

30

Bei den Oberflächengruppen kann es sich um organische polymerisierbare und/oder polykondensierbare Gruppen handeln, die einer radikalischen, kationischen oder anionischen, thermischen oder photochemischen Polymerisation oder einer thermischen oder photochemischen Polykondensation zugänglich sind. Erfindungsgemäß bevorzugt werden Oberflächengruppen, die über eine

(Meth)acryl-, Allyl-, Vinyl-, oder Epoxygruppe verfügen, wobei (Meth)acryl- und Epoxygruppen besonders bevorzugt werden. Bei den polykondensationsfähigen Gruppen sind vor allem Hydroxy-, Carboxy-, und Aminogruppen zu nennen, mit deren Hilfe Ether-, Ester- und Amidbindungen zwischen den nanoskaligen Teilchen

5 und mit dem Silan erhalten werden können.

Die an den Oberflächen der nanoskaligen Teilchen vorhandenen organischen Gruppierungen, die die polymerisierbaren und/oder polykondensierbaren Gruppen umfassen, haben bevorzugt ein Molekulargewicht von unter 300, insbesondere unter 200.

10

Zur Herstellung der oberflächenmodifizierten Nanopartikel kommen alle gebräuchlichen Herstellungsverfahren in Betracht, wie z.B. in der DE-A-197 19 948 beschrieben.

15 Die Nanopartikel weisen vorzugsweise einen Durchmesser von nicht mehr als 100 nm, insbesondere nicht mehr als 50 nm auf. Hinsichtlich der Untergrenze gibt es keine besondere Beschränkung, wenngleich diese Untergrenze aus praktischen Gründen in der Regel bei 0,5 nm, insbesondere 1 nm und häufig 4 nm liegt.

20 Als Weichmacher e) kommen prinzipiell alle Verbindungen in Betracht, die gemäß DIN 55945 (Dezember 1988) elastifizierende oder weichmachende Eigenschaften haben, überwiegend solche esterartiger Natur. Bevorzugt sind Weichmacher aus der Gruppe der acyclischen aliphatischen Dicarbonsäureester, z.B. Ester der Adipinsäure wie Di-n-octyladipat, Bis-(2-ethylhexyl)adipat, Diisodecyladipat, Dibutylsebacat, Dioctylsebacat und Bis-(2-ethylhexyl)sebacat; Ester aus C₆-C₁₂-Dicarbonsäuren mit Polyalkylenglykolen, z.B. Triethylenglykol-bis-(n-heptanoat), Triethylenglykol-bis-(2-ethylhexanoat), Triethylenglykol-bis-(isononanoat); Ester aus C₆-C₁₂-Carbonsäuren mit Polyalkylenglykolen, z.B. Triethylenglykol-bis-(2-ethylbutyrat); Diester aus (Meth)acrylsäure und Polyalkylenglykolen, wie Polypropylenglykoldiacrylat oder -dimethacrylat, Polyethylenglykoldiacrylat oder 25 -dimethacrylat, beispielsweise Tetraethylenglykoldi(meth)acrylat.

30

Das Nanokompositmaterial enthält zweckmäßigerweise einen Polymerisations-, Polyadditions- und/oder Polykondensationskatalysator f), der die Vernetzung und

Härtung thermisch und/oder photochemisch induzieren kann (kollektiv als "Vernetzungsinitiator" bezeichnet).

Als Photoinitiatoren können z.B. die im Handel erhältlichen Starter eingesetzt werden. Beispiele hierfür sind Irgacure[®] 184 (1-Hydroxycyclohexylphenylketon),

- 5 Irgacure[®] 500 (1-Hydroxycyclohexylphenylketon, Benzophenon) und andere Photoinitiatoren vom Irgacure[®]-Typ; Darocur[®] 1173, 1116, 1398, 1174 und 1020, 2-Chlorthioxanthon, 2-Methylthioxanthon, 2-Isopropylthioxanthon, Benzoin, 4,4'-Dimethoxy-benzoin, Benzoinethylether, Benzoinisopropylether, Benzyldimethylketal, 1,1,1-Trichloracetophenon, Diethoxyacetophenon und
- 10 Dibenzosuberon.

Als thermische Initiatoren kommen vorzugsweise organische Peroxide in Form von Diacylperoxiden, Peroxydicarbonaten, Alkylperestern, Dialkylperoxiden, Perketalen, Ketonperoxiden und Alkylhydroperoxiden in Frage. Beispiele für derartige thermische Initiatoren sind Dibenzoylperoxid, tert.-Butylperbenzoat und

15 Azobisisobutyronitril. Ein Beispiel für einen kationischen Thermostarter ist 1-Methylimidazol.

Beispiele für Verlaufsmittel sind Polyether-modifizierte Dimethylpolysiloxane, wie z.B. [®]Byk 306. Beispiele für Sensitizer sind aminmodifizierte Oligoetheracrylate, wie z.B. [®]Crodamere.

- 20 Die Komponenten zur Herstellung des Nanokompositmaterials können in beliebiger Weise und Reihenfolge miteinander gemischt werden. Zur Herstellung des festen oder gelartigen Nanokompositmaterials kann zunächst eine flüssige Vorstufe, die das Matrixmaterial oder eine Vorstufe davon und die darin dispergierten nanoskaligen
- 25 Teilchen umfaßt, hergestellt werden. Bei der Herstellung der flüssigen Phase geht man z.B. so vor, dass man entweder
- (i) die bereits hergestellten nanoskaligen Teilchen in einer die Matrix bildende(n) Komponente(n) enthaltenden Lösung dispergiert und anschließend gegebenenfalls Lösungsmittel zumindest teilweise entfernt,
 - 30 (ii) das Matrixmaterial in Anwesenheit der nanoskaligen Teilchen erzeugt oder
 - (iii) die nanoskaligen Teilchen in Anwesenheit des Matrixmaterials erzeugt.

Das Kondensat aus hydrolysierbaren Verbindungen wird wie oben beschrieben durch

Hydrolyse und Kondensation der hydrolysierbaren Verbindungen und gegebenenfalls Polymerisation und Polykondensation vorhandener polymerisierbarer oder polykondensierbarer Gruppen an nicht hydrolysierbaren Resten hergestellt.

Gegebenenfalls zusätzlich eingesetztes organisches Polymer und/oder organisches

- 5 Monomer, Oligomer oder Prepolymer, die ebenfalls zumindest teilweise polymerisiert oder polykondensiert werden können, werden anschließend oder im Verlauf der Hydrolyse und Kondensation zugegeben, wobei insbesondere das organische Polymer vorzugsweise in einem organischen Lösungsmittel gelöst ist.

Natürlich können die anorganischen Matrixkomponenten auch umgekehrt zu den
10 organischen Matrixkomponenten gegeben werden.

Die nanoskaligen Teilchen und gegebenenfalls zugegebene Additive können zu jedem beliebigen Zeitpunkt zugegeben werden, wobei die Zugabe der nanoskaligen Teilchen nach einer der obigen Varianten (i), (ii) oder (iii) erfolgen kann. Die nanoskaligen

- 15 Teilchen können z.B. als Suspension in einem Lösungsmittel, das zweckmäßigerweise mit dem Lösungsmittel des organischen Polymers kompatibel ist, mit den Matrixkomponenten (z.B. Kondensat oder Vorkondensat und organisches Polymer) gemischt werden (Varianten (i), (ii)). Die Nanopartikel können auch in situ durch Hydrolyse und Kondensation entsprechender Vorstufen in einem
20 teilkondensierten Vorkondensat der hydrolysierbaren Verbindungen und/oder dem gelösten organischen Polymer hergestellt werden.

Man erhält bevorzugt eine noch flüssige Vorstufe des Nanokompositmaterials, worin die nanoskaligen Teilchen in der flüssigen Matrixphase dispergiert sind. Der

- 25 anorganische Kondensationsgrad und der organische Konversionsgrad des Kondensats in der flüssigen Vorstufe kann denen im festen oder gelartigen Nanokompositmaterial entsprechen oder darunterliegen. Das Verfestigen oder Gelieren des Nanokompositmaterials kann z.B. durch Abdampfen von Lösungsmittel, zweckmäßigerweise auf einen Restanteil von 0 bis 15 Gew.-%, insbesondere 2 bis 12
30 Gew.-%, und/oder Erhöhung des anorganischen Kondensationsgrads und/oder des organischen Konversionsgrads erfolgen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung des beschriebenen Nanokompositmaterials, dadurch gekennzeichnet, dass man das Silan b) durch Zusatz eines Hydrolysemittels partiell oder vollständig kondensiert und ggf. durch UV-Bestrahlung polymerisiert, und mit einer oder mehreren der

5 Komponenten a), c) bis f) vermischt, oder das Silan b) zuerst mit einer oder mehreren der Komponenten a), c) bis f) vermischt und dann kondensiert und ggf. polymerisiert, und anschließend ggf. organisches Lösungsmittel entfernt.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin die Verwendung des beschriebenen

10 Nanokompositmaterials zur Herstellung eines planaren Materials, insbesondere einer Folie, mit Brechzahlgradienten.

Hierfür wird das feste oder gelartige, aber noch härtbare Nanokompositmaterial oder eine flüssige Vorstufe davon in die für die beabsichtigte Verwendung notwendige Struktur überführt. Dies kann z.B. dadurch erfolgen, dass man das

15 Nanokompositmaterial auf ein Substrat unter Bildung einer Beschichtung aufbringt oder ein Verbundsystem aus mehreren Komponenten bildet, von denen mindestens eine aus dem Nanokompositmaterial besteht. Vorzugsweise wird für diese Strukturierung meistens eine flüssige Vorstufe des Nanokompositmaterials verwendet. Das Nanokompositmaterial wird dann nach der Beschichtung oder Zusammenstellung

20 des beabsichtigten optischen Elements in das feste oder gelartige Nanokompositmaterial überführt.

Beispielsweise wird das photopolymerisierbare Nanokompositmaterial auf ein geeignetes Substrat wie z.B. Glas, Keramik, Silizium, Metall, Halbleitermaterialien oder (vorzugsweise transparente) Kunststofffolien, insbesondere PET, PE, PP, aufgetragen. Die Beschichtung kann nach üblichen Methoden erfolgen, z.B. durch

25 Tauchen, Fluten, Rakeln, Gießen, Schleudern, Spritzen, Aufstreichen, Slot-Coating, Meniskus-Coating, Foliengießen, Spinnen oder Sprühen. Hierfür eignen sich natürlich flüssige Vorstufen des Nanokompositmaterials, wobei die erforderliche Viskosität durch Zugabe oder Entfernen von Lösungsmittel eingestellt werden kann.

30 Bevorzugte Schichtdicken (im gehärteten Zustand) liegen bei 0,2 bis 100 μm . Anschließend wird gewöhnlich zumindest ein Teil des Lösungsmittels verdampft, um das Nanokompositmaterial in die feste oder gelartige Form zu überführen.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform wird das Nanokompositmaterial auf eine transparente Kunststoffolie aufgetragen und in die feste oder gelartige Form überführt, die geeigneterweise einen Lösungsmittelrestgehalt von nicht mehr als 15 Gew.-%, z.B. 2 bis 15 Gew.-%, aufweist, und anschließend wird eine zweite Kunststoffolie als Schutzfolie auflaminiert. In dieser Form kann das Folienmaterial aufgewickelt, lichtgeschützt und klimatisiert (15 bis 30°C) zwischengelagert werden. Auf diese Weise kann auch ein Folienverbund hergestellt werden.

Anschließend wird in dem festen oder gelartigen Nanokompositmaterial auf die oben beschriebene Weise eine Potentialdifferenz erzeugt, so dass durch gerichtete Diffusion der nanoskaligen Teilchen ein Konzentrationsgradient gebildet wird.

Die Potentialdifferenz wird bevorzugt durch ein Belichtungsverfahren erzeugt. Durch eine relativ intensive lokale Belichtung vernetzen Nanopartikel mit polymerisierbaren Gruppen miteinander und/oder mit polymerisierbaren Gruppen aus der teilkondensierten Silankomponente der festen oder gelierten Matrix, so dass ein chemischer Potentialgradient für Nanopartikel mit polymerisierbaren Gruppen an ihrer Oberfläche zu unbelichteten Nachbarregion gebildet wird. Aus dieser Nachbarregion diffundieren weitere Nanopartikel in die belichtete Region. Dieser Prozeß kann während und nach der Belichtung erfolgen und dauert zwischen wenigen Sekunden bis wenige Minuten, je nach Belichtungsbedingungen (Beleuchtungsstärke und Zeit) und Temperatur. Durch den Brechzahlunterschied zwischen den Nanopartikeln und der Matrix entsteht auf diese Weise ein lokaler Brechzahlgradient. Die Brechzahlgradientenbildung kann auch noch eine gewisse Zeit nach Abschluss der Belichtung (Nachwirkzeit) erfolgen, solange der durch die Belichtung erzeugte Konzentrationsgradient polymerisierbar oberflächenmodifizierter Nanopartikel nicht durch thermisch aktivierte Diffusion ausgeglichen ist. Diese Nachwirkzeit kann im Bereich von wenigen Sekunden bis einigen Minuten liegen.

Für die Belichtungsverfahren werden bevorzugt UV-Licht oder Laserlicht eingesetzt. Bei Verwendung eines Lasers als Lichtquelle können alle über holographische Techniken realisierbaren Mikrostrukturen (z. B. sowohl periodische Gitterstrukturen als auch Fresnelstrukturen) hergestellt werden. Die durch Interferenz auftretenden Intensitätsprofile wirken als Polymerisationssenken. Für die holographische Belichtung

können z.B. mittels Zwei-Wellenmischen phasenmodulierte Volumenhologramme als Transmissions- oder Reflexionshologramme hergestellt werden. Als kohärente Lichtquelle kann z.B. ein Argon-Ionen-Laser dienen.

- 5 Gegenstand der Erfindung ist weiterhin eine Brechzahlgradientenfolie, bestehend im wesentlichen aus einer oder zwei transparenten Kunststofffolien, die mit einem erfindungsgemäßen Nanokompositmaterial beschichtet sind, in welchem durch Anlegen einer elektrischen Potentialdifferenz, Elektronenbestrahlung, Holographie, Lithographie oder durch lokale Belichtung ein Brechzahlgradient erzeugt wurde.

10

Nach der durch eine Potentialdifferenz bewirkten Einstellung des Konzentrationsgradienten der nanoskaligen Teilchen und einer eventuellen Nachwirkzeit wird das Nanokompositmaterial gehärtet, d.h. vollständig polymerisiert und/oder polykondensiert (vernetzt). Dabei wird eventuell vorhandenes Lösungsmittel entfernt. In Abhängigkeit von der Art der gegebenenfalls verwendeten Vernetzungsinitiatoren und der Art der für die Matrixphase eingesetzten Komponenten kann thermisch und/oder durch Bestrahlung (z.B. mit einem UV-Strahler oder Laser) gehärtet werden. Die Härtingsbedingungen (Temperatur, UV-Wellenlänge etc.) richten sich im Fall der Polymerisation ungesättigter Gruppen nach den Zerfallsbedingungen des Polymerisationsinitiators. Die thermische Härtung erfolgt gewöhnlich bei Temperaturen unter 150°C.

20

- Das Brechzahlgradientenmaterial kann beispielsweise zur Herstellung von Diffusern, beispielsweise für Lichtmanagementfolien in Flachbildschirmen, Mobiltelefonen, Notebooks und Desktops; von passiven Lichtleit-Elementen für Displays und Beleuchtungselemente; von Lichtleitbeschichtungen und -filmen für Architekturglas; zur Mikrostrukturierung von Si-Wafern und im Bereich Waferbonding; von Sicherheitshologrammen, Bildhologrammen, digitalen Hologrammen zur Informationsspeicherung; von Systemen mit Komponenten, die Lichtwellenfronten verarbeiten; von planaren Lichtwellenleitern; optischen Datenspeichern; für Anwendungen zur Polarisationsbeeinflussung von Licht, für Anwendungen als Strahlteiler und als Linse, z.B. planare Gradientenindexlinsen; sowie als Material, das optische Informationen, wie z.B. Barcodes, enthält, verwendet werden.

30

In den nachfolgenden Beispielen wird als Maß für die erreichte Brechwertmodulation der "angle of view" gemessen. Hierbei wird die Lumineszenz eines auf ein Substrat aufgetragenes Nanokompositmaterials nach der Partikelmigration und vollständigen

- 5 Aushärtung der Matrix (Einfrieren des Brechzahlgradienten)
 1°-Schritten bis 60° (α) mit einem Lumineszenzmeter vermessen (60° zur Zentralachse). Der "angle of view" entspricht der Halbwertsbreite 1/2 einer Auftragung Intensität I [%] gegen den Winkel α (-30 bis +30°C). Je höher der "angle of view", desto höher die Streukraft des Materials. Angestrebt werden Werte über
 10 10°.

Beispiel 1: Herstellung eines Photo-Nanokomposits für Holographie

a) Herstellung von $\text{Zr}(\text{OPr})_4/\text{MAS}$ (1:1):

- 15 In einem 250 ml Dreihalskolben werden 65,4 g (0,20 mol) $\text{Zr}(\text{OPr})_4$ vorgelegt und im Eisbad gekühlt. Dazu tropft man langsam (15 min) unter Rühren 17,2 g (0,20 mol) Methacrylsäure (MAS) hinzu. Nach vollständiger Zugabe wird das Reaktionsgemisch nach 10 min aus dem Eisbad entfernt und anschließend bei 25°C gerührt.

20 b) Herstellung einer Silan-PVB-Mischung:

Zu 49,6 g (0,20 mol) Methacryloxypropyltrimethoxysilan (MPTS) gibt man 24 g (0,20 mol) Dimethyldimethoxysilan (DMDS) hinzu und lässt 5 min bei 25°C rühren.

- Nach Zugabe von 9,05 g 0,1 N HCl lässt man weitere 10 min bei 25°C rühren, bis
 25 das Reaktionsgemisch aufklart. Anschließend werden 49,92 g Polyvinylbutyral (30 gew.-%ig in 2-PrOH) hinzu gegeben und 5 min bei 25°C rühren gelassen.

c) Herstellung der Matrix

- Man fügt 22,27 g der in a) hergestellten $\text{Zr}(\text{OPr})_4/\text{MAS}$ -Nanopartikel unter Rühren langsam zur Mischung b) hinzu. Nach vollständiger Zugabe lässt man 4 Stunden bei
 30 25°C rühren und tropft 1,08 g (0,06 mol) Wasser zu. Nach Rühren über Nacht bei 25°C werden 6,2 g Dodecandiolmethacrylat (DDDMA) und 1,6 g des Photostarters® Irgacure 184 zugegeben.

Beispiele 2 bis 4:

Die Darstellung von $\text{Zr}(\text{OPr})_4/\text{MAS}$ im Verhältnis 1:1 erfolgt wie in Beispiel 1.

- In einem zweiten Gefäß wird MPTS vorgelegt, dazu werden die gewünschten
- 5 Mengen an DMDES, PVB-Lösung (30 gew.-%ig in Ethanol) und TEG-di(2-ethylhexanoat) gemäß Tabelle 1 gegeben und 15 min bei 25°C rühren gelassen. Dann gibt man 0,1 N HCl hinzu und lässt etwa 10 min bei RT rühren, bis das
- 10 anfangs trübe Reaktionsgemisch aufklart. Danach fügt man $\text{Zr}(\text{OPr})_4/\text{MAS}$ unter Rühren langsam mit Hilfe eines Tropftrichters hinzu. Nach vollständiger Zugabe wird 4 h bei RT gerührt. Anschließend wird die benötigte Menge Wasser zugetropft und über Nacht bei RT gerührt.

Danach fügt man [®]Crodamer UVA 421 zu. Nach weiteren 15 min erfolgt die Zugabe von [®]Irgacure 819. Anschließend wird der Ansatz mit Isopropanol verdünnt und [®]Byk 306 zugegeben. Man lässt bis zur vollständigen Durchmischung rühren.

15

Tabelle 1

	Beispiel 2		Beispiel 3		Beispiel 4	
MPTS	18,6 g	0,075 mol	24,8 g	0,1 mol	31,0 g	0,125 mol
PVB-Lösung	133,6 g		133,6 g		133,6 g	
TEG-di(2-ethylhexanoat)	105,1 g		110,6 g		116,1 g	
DMDES	11,1 g	0,075 mol	14,8 g	0,1 mol	18,5 g	0,125 mol
0,1 N HCl	3,375 g	0,1875 mol	4,50 g	0,25 mol	5,6 g	0,3125 mol
$\text{Zr}(\text{OPr})_4/\text{MAS}$	41,6 g		41,6 g		41,6 g	
H ₂ O	1,9 g	0,11 mol	1,9 g	0,11 mol	1,9 g	0,11 mol
Crodamer UVA 421	6,41 g		6,75 g		7,08 g	
Irgacure 819	6,41 g		6,75 g		7,08 g	
Byk 306	6,15 g		6,5 g		6,8 g	
Isopropanol	82,0 g		86,3 g		90,6 g	
angle of view	12°		12°		13°	

TEG = Triethylenglykol

DMDES = Dimethyldiethoxysilan

Beispiele 5 bis 14:

Die Herstellung von $\text{Zr}(\text{OPr})_4/\text{MAS}$ erfolgt wie in Beispiel 1 beschrieben:

In einem zweiten Gefäß wird MPTS vorgelegt, dazu werden die gewünschten
 5 Mengen an DMDES, PVB-Lösung (30 gew.-%ig in Ethanol) und Isopropanol
 gegeben und 15 min bei 25°C rühren gelassen. Dann gibt man die 0,1 N HCl hinzu
 und lässt etwa 10 min bei RT rühren, bis das anfangs trübe Reaktionsgemisch
 aufklart. Danach fügt man die gewünschte Menge $\text{Zr}(\text{OPr})_4/\text{MAS}$ unter Rühren
 langsam mit Hilfe eines Tropftrichters hinzu. Nach vollständiger Zugabe wird 4 h bei
 10 RT gerührt. Anschließend wird die benötigte Menge Wasser zugetropft und über
 Nacht bei RT gerührt.

Dann wird Irgacure 819 und Byk 306 zugegeben. Man lässt bis zur vollständigen
 Durchmischung rühren (Basis-Lack). Anschließend erfolgt die Zugabe der
 Weichmacher und Sensitizer gemäß Tabelle 2.

15

Basis-Lack

MPTS	139 g	0,56 mol
PVB-Lösung	601,2 g	
Isopropanol	365,7 g	
DMDES	82,9 g	0,56 mol
0,1 N HCl	25,2 g	1,41 mol
$\text{Zr}(\text{O}^n\text{Pr})_4/(\text{MAS})$	187,2 g	
H_2O	8,46 g	0,47 mol
Irgacure 819	15,8 g	
Byk 306	23,7 g	

PVB: ® Mowital 30 HH und 60 HH (1:1)

20

25

Tabelle 2: Variation der Weichmacher und Sensitizer (Variation pro 10 g Ansatz):

Bsp.	Crodamer UVA 421	Polyalkylenglykolacrylat	TEG-di(2-ethylhexanoat)	angle of view
5	0,7776g	-	3,1104 g	16°
6	1,1664 g	-	3,1104 g	16°
7	1,5552 g	-	1,5552 g	12°
8	0,7776 g	2,3328 g PPGDMA (570)	-	12°
9	0,7776 g	1,5552 g PEGDMA (330)	-	13°
10	0,7776 g	1,5552 g PEGDMA (330)	0,7776 g	13°
11	0,7776 g	2,3328 g PPGDA (540)	-	10°
12	0,7776 g	1,5552 g PEGDA (258)	0,7776 g	13°
13	-	1,5552 g PEGDMA (330)	1,5552 g	14°
14	-	0,7776 g PEGDMA (330)	2,3328 g	16°

PPGDMA (570): Polypropylenglykoldimethacrylat (mittleres Molgewicht: 570 g/mol)

5 PEGDMA (330): Polyethylenglykoldimethacrylat (mittleres Molgewicht: 330 g/mol)

PPGDA (540): Polypropylenglykoldiacrylat (mittleres Molgewicht: 540 g/mol)

PEGDA (258): Polyethylenglykoldiacrylat (mittleres Molgewicht: 258 g/mol)

Beispiel 15: Herstellung eines Photo-Nanokomposits für Lithographie

10

In einem 2 l Dreihalskolben werden 592,2 g (1,81 mol) $\text{Zr}(\text{OPr})_4$ vorgelegt und im Eisbad auf 10°C gekühlt. Dazu tropft man langsam unter Rühren 155,7 g (1,81 mol) MAS. Nach vollständiger Zugabe wird das Reaktionsgemisch nach 10 min aus dem Eisbad entfernt und anschließend bei 25°C gerührt.

15

In einem 10 l Reaktor werden 2312,1 g PVB (30 gew.-%ig in 2-Propanol) vorgelegt. Danach werden zuerst 2241,9 g (9,04 mol) MPTS und anschließend 1338 g

- (9,04 mol) Dimethyldiethoxysilan (DMDES) langsam hinzu gegeben und 45 min bei 25°C homogenisiert. Anschließend erfolgt die Zugabe von 407 g 0,1 N HCl. Die Temperatur im Reaktor wird mittels Thermostat auf 40°C konstant gehalten. Nach Aufklaren des Reaktionsgemisches erfolgt die Zugabe von 748 g des oben
- 5 hergestellten $\text{Zr}(\text{OPr})_4/\text{MAS}$ tropfenweise unter kräftigem Rühren bei 40°C. Nach vollständiger Zugabe lässt man das Reaktionsgemisch 4 Stunden bei 25°C rühren. Danach werden 48,78 g (2,71 mol) Wasser zugegeben und weitere 16 h bei 25°C gerührt. Anschließend erfolgt die Zugabe von 260 g Hexandioldimethacrylat (HDDMA), 30 min Rühren bei 25°C und schließlich von 99 g [®]Crodamer UVA 421.
- 10 Nach weiteren 30 min Rühren bei 25°C erfolgt die Zugabe von 99,5 g Irgacure 819.

Holographische Experimente

- Mittels Zwei-Wellenmischen werden phasenmodulierte Volumenhologramme sowohl
- 15 als Transmissions- als auch als Reflexionshologramme erzeugt. Als kohärente Lichtquelle dient hier ein Argon-Ionen-Laser. Der Laserstrahl (20 mW/cm^2) wird auf einen Durchmesser von ca. 0,5 mm fokussiert und durch einen Strahlenteiler in zwei Teilstrahlen gleicher Intensität geteilt. Die Interferenz dieser beiden Strahlen führt zu einer räumlich periodischen Änderung der Lichtintensität. Als holographisches
- 20 Material dient das aus Beispiel 1. Zur Schichtherstellung wird das Photo-Nanokomposit-Material auf ein Glassubstrat (10 cm x 10 cm x 0,25 cm) laminiert, mit einer Polyesterfolie abgedeckt und mit diesen Intensitätsmodulationen belichtet. Es baut sich eine Gitterstruktur auf, die die gleiche Periodizität besitzt wie die Intensitätsmodulation. Das Brechwertprofil wird eingefroren, indem einer der im
- 25 Experiment verwendeten Schreibstrahlen abgeschirmt wird, um den verbleibenden Strahl zu einer Nachpolymerisation zu verwenden. Auf diese Weise werden Volumenhologramme mit einer Beugungseffizienz von 90 % (Wellenlänge: 633 nm) erzeugt.

30 Lithographisches Experiment

Das in Beispiel 15 hergestellte Nanokomposit-Material wird durch einen Slot-Coating- Prozess auf Polyester (vorzugsweise PET) laminiert und bei 65°C im Ofen

für 5 min ausgehärtet. Zum Schutz der Beschichtung wird eine Abziehfolie auflaminiert. So hergestellte Folien sind 200 m lang und 36 cm breit, die Trockenfilmdicke beträgt 20 bis 80 μm , vorzugsweise 40 bis 60 μm .

- Zur Herstellung eines Diffusers wird die Schutzfolie entfernt und die
- 5 photoempfindliche Seite auf eine lithographische Maske aufgebracht. In einem kontinuierlichen Prozess (Geschwindigkeit des Bandes: 315 mm/min) wird die Photo-Nanokompositschicht durch Masken mit einer optischen Dichte von 0,8 bis 1,8, vorzugsweise von 1,0 bis 1,3 mit UV-Licht (Hg-Hochdrucklampe, Leistung: 1200 W) bestrahlt. Die Fixierung des Brechungsindex-Gradienten erfolgt durch
- 10 thermische Behandlung im Ofen bei 100°C für 5 min.

Patentansprüche:

- 1) Polymerisierbares, festes oder gelartiges Nanokompositmaterial, enthaltend
 - a) 4,9 bis 95,9 Gew.-% mindestens eines löslichen organischen Polymers;
 - 5 b) 4 bis 95 Gew.-% eines Kondensats aus einem oder mehreren hydrolysierbaren und kondensierbaren Silanen aus der Gruppe der Acrylsilane, Epoxysilane, Acrylalkoxysilane, Acrylepoxyasilane, Epoxyalkoxysilane, Alkoxysilane und Alkylalkoxysilane, wobei das Kondensat einen anorganischen Kondensationsgrad von 33 bis 100 % und einen
 - 10 organischen Konversionsgrad von 0 bis 95 % aufweist;
 - c) 0 bis 4,9 Gew.-% eines C=C-Doppelbindungen enthaltenden organischen Monomers und 0 bis 60 Gew.-% eines Acrylatoligomers oder -prepolymers;
 - d) 0,1 bis 50 Gew.-% polymerisierbar oberflächenmodifizierter nanoskaliger
 - 15 Teilchen aus der Gruppe der Oxide, Chalcogenide, Sulfide, Selenide, Telluride, Halogenide, Carbide, Arsenide, Antimonide, Nitride, Phosphide, Carbonate, Carboxylate, Phosphate, Sulfate, Silikate, Titanate, Zirkonate, Aluminate, Stannate, Plumbate sowie Mischoxide davon;
 - e) 0 bis 50 Gew.-% eines Weichmachers;
 - 20 f) 0 bis 5 Gew.-% eines thermischen oder photochemischen Vernetzungsinitiators, Sensitizers, Netzhilfsmittels, Adhäsionshilfsmittels, Verlaufsmittels, Antioxidants, Stabilisators, Farbstoffs, photochromen und thermochromen Stoffs, oder eine Kombination davon,
 - jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (Trockengewicht) des
 - 25 Nanokompositmaterials.
- 2) Nanokompositmaterial nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das lösliche Polymer a) ein in einem organischen Lösungsmittel oder Wasser lösliches Polyacrylat, Polymethacrylat, Polyepoxid, Polyolefin, Polystyrol, Polyamid, Polyester,
 - 30 Polyether, Polycarbonat, Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat oder Polyvinylbutyral ist.
- 3) Nanokompositmaterial nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan b) Methacryloxypropyltrimethoxysilan, Acryloxypropyltrimethoxysilan,

Dimethyldimethoxysilan, Dimethyldiethoxysilan, 3-Glycidyloxy-propyltrimethoxysilan, Vinyltriethoxysilan, Methyltriethoxysilan, Tetraethoxysilan, Tetramethoxysilan oder eine Kombination davon ist.

- 5 4) Nanokompositmaterial nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die nanoskaligen Teilchen d) mit Verbindungen, enthaltend (Meth)acryl-, Allyl-, Vinyl-, Epoxy-, Hydroxy-, Carboxy-, oder Aminogruppen oder eine Kombination davon, oberflächenmodifiziert sind.
- 10 5) Nanokompositmaterial nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die nanoskaligen Teilchen oberflächenmodifizierte SiO_2 -, TiO_2 -, ZrO_2 - oder Ta_2O_5 -Teilchen sind.
- 15 6) Nanokompositmaterial nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, enthaltend 0,1 bis 30 Gew.-% des Weichmachers e).
- 20 7) Verfahren zur Herstellung eines Nanokompositmaterials nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man das Silan b) durch Zusatz eines Hydrolysemittels partiell oder vollständig kondensiert und gegebenenfalls durch Bestrahlung polymerisiert, und mit einer oder mehreren der Komponenten a), c) bis f) vermischt; oder das Silan b) zuerst mit einer oder mehreren der Komponenten a), c) bis f) vermischt und dann kondensiert und gegebenenfalls polymerisiert, und anschließend gegebenenfalls organisches Lösungsmittel entfernt.
- 25 8) Verwendung eines Nanokompositmaterials nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6 zur Herstellung eines planaren Materials mit Brechzahlgradienten, bevorzugt eine Brechzahlgradientenfolie.
- 30 9) Brechzahlgradientenfolie, bestehend im wesentlichen aus einer oder zwei transparenten Kunststofffolien, die mit einem Nanokompositmaterial nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6 beschichtet sind, in welchem durch Anlegen

einer elektrischen Potentialdifferenz, Elektronenbestrahlung, Holographie, Lithographie oder durch lokale Belichtung ein Brechzahlgradient erzeugt wurde.

- 10) Verfahren zur Herstellung einer Brechzahlgradientenfolie, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Nanokompositmaterial nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6 auf eine transparente Kunststoffolie aufbringt, gegebenenfalls eine transparente Abdeckfolie auf die Nanokompositschicht auflaminiert, durch Anlegen einer elektrischen Potentialdifferenz, Elektronenbestrahlung, Holographie, Lithographie oder durch lokale Belichtung einen Brechzahlgradienten in der Nanokompositschicht erzeugt, und anschließend den Brechzahlgradienten durch vollständige thermische und/oder lichtinduzierte Vernetzung des Nanokompositmaterials fixiert.
- 11) Verfahren nach Anspruch 10 zur Herstellung von passiven Lichtleit-Elementen für Displays und Beleuchtungselemente, von Diffusern, von Sicherheitshologrammen, Bildhologrammen, digitalen Hologrammen zur Informationsspeicherung, von planaren Lichtwellenleitern, optischen Datenspeichern, Polarisatoren von Licht, Strahlteilern und Linsen, insbesondere planaren Gradientenindexlinsen; von Lichtleitbeschichtungen und -filmen für Architekturglas.

Nanokompositmaterial zur Herstellung von Brechzahlgradientenfolien

- 5 Polymerisierbares, festes oder gelartiges Nanokompositmaterial, enthaltend
- a) 4,9 bis 95,9 Gew.-% mindestens eines löslichen organischen Polymers;
 - b) 4 bis 95 Gew.-% eines Kondensats aus einem oder mehreren hydrolysierbaren und kondensierbaren Silanen aus der Gruppe der Acrylsilane, Epoxysilane, Acrylalkoxysilane, Acrylepoxyasilane, Epoxyalkoxysilane, Alkoxysilane und Alkylalkoxysilane, wobei das Kondensat einen anorganischen Kondensationsgrad von 33 bis 100 % und einen organischen Konversionsgrad von 0 bis 95 % aufweist;
 - c) 0 bis 4,9 Gew.-% eines C=C-Doppelbindungen enthaltenden organischen Monomers und 0 bis 60 Gew.-% eines Acrylatoligomers oder -prepolymers;
 - d) 0,1 bis 50 Gew.-% polymerisierbar oberflächenmodifizierter nanoskaliger Teilchen aus der Gruppe der Oxide, Chalcogenide, Sulfide, Selenide, Telluride, Halogenide, Carbide, Arsenide, Antimonide, Nitride, Phosphide, Carbonate, Carboxylate, Phosphate, Sulfate, Silikate, Titanate, Zirkonate, Aluminate, Stannate, Plumbate sowie Mischoxide davon;
 - e) 0 bis 50 Gew.-% eines Weichmachers;
 - f) 0 bis 5 Gew.-% eines thermischen oder photochemischen Vernetzungsinitiators, Sensitizers, Netzhilfsmittels, Adhäsionshilfsmittels, Verlaufsmittels, Antioxidants, Stabilisators, Farbstoffs, photochromen und thermochromen Stoffe, oder eine Kombination davon,
- jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (Trockengewicht) des Nanokompositmaterials.